مهندسی متالورژی و مواد، ۳۳، ۳، ۱۴۰۱. (۲٤-۱۱)



مهندسی متالورژی و مواد

https://jmme.um.ac.ir/

نشریه مهندسی متالورژی و مواد

بررسی تأثیر حضور ذرات اکسید تیتانیوم در جلوگیری از رشد دانه‌های NiTi در فرایند تف‌جوشی*

مقاله پژوهشی

هادی نصیری[1] مرتضی گل‌محمدی[2]

DOI: 10.22067/jmme.2022.76601.1051

چکیده *یکی از مشکلات تف‌جوشی مواد نانو اندازه، رشد دانه در حین این فرایند است. از آنجایی که کارایی‌های منحصر به‌فرد مواد نانو تا زمانی که در محدوده اندازه زیر ۱۰۰ نانومتر باشند، وجود دارد، به‌منظور جلوگیری از این پدیده و کاهش سرعت رشد دانه‌ها راهکارهای مختلفی از جمله افزودن ذرات اکسیدی اتخاذ می شود. در این پژوهش از ذرات اکسید تیتانیوم به علت دارا بودن پایداری حرارتی منا سب به میزان ده در صد برای جلوگیری از ر شد دانه‌های آلیاژ نانو ساختار NiTi در هنگام عملیات تف‌جو شی ا ستفاده شد. چگونگی تأثیر ذرات اکسید تیتانیوم تو سط آزمون‌های پراش پرتو ایکس و گرما سنج تفا ضلی روبشی مورد بررسی قرار گرفت. به این منظور دو گروه نمونه تهیه شدند، یک گروه از نمونه‌ها بدون حضور اکسید تیتانیوم و گروه دیگر در حضور این اکسید مورد مطالعه قرار گرفتند. نتایج برر سی سینتیکی در شرایط هم‌دما و غیرهم‌دما بر روی هر دو گروه نمونه ن شان داد، ر شد دانه‌ها بعد از فرایند، در ح ضور این اکسید تا دو برابر اندازه اولیه و قبل از تف‌جو شی رخ داد. اما میزان ر شد در عدم حضور اکسید تیتانیوم تا پنج برابر افزایش یافت. علت این م سئله، میزان انرژی فعال‌سازی لازم برای رشد دانه‌ها است. این انرژی در نمونه بدون اکسید تیتانیوم برابر ۳۱/۸۵ کیلوژول و در نمونه با حضور ده درصد از این اکسید برابر ٤۷/۹٦ کیلوژول بوده است. همچنین نتایج برای دو گروه بدون اکسید و در حضور اکسید، برای سد انرژی جوانه‌زنی به‌ترتیب برابر ۹/۹۳ و ۷/۷۵ کیلوژول و برای انرژی فعال‌سازی رشد دانه به‌ترتیب ۱۳/٤ و ۱٤/٤ کیلوژول بر اساس داده‌های DSC محاسبه شد.*

واژه‌های کلیدی رشد دانه، اکسید تیتانیوم، نانوساختار NiTi، سینتیک.

Investigation on the presence of titanium oxide particles effect in preventing the growth of NiTi granules in the sintering process

Hadi Nasiri Morteza Golmohammadi

Abstract *Grain growth during sintering of nanomaterial is one of the main drawback is this process. Since the nanomaterials maintain their unique performance as long as their size dos not exceed a specific size range, various strategies, including the addition of oxide particles, are adopted to prevent this phenomenon and to slow down grain growth. In this research, titanium oxide particles were used to prevent the growth of NiTi nanostructured alloy grains during sintering operations due to their suitable thermal stability with amount of 10 wt.%. The effect of titanium oxide particles was investigated by X-ray diffraction (XRD) and differential scanning calorimetry (DSC) analyses. For this purpose, two groups of samples including with and without presence of titanium oxide were prepared and studied. The results of kinetic analysis on both sample groups showed that grain growth occurred after the process, in the presence of this oxide, up to twice the initial size and before sintering. But the growth rate in the absence of titanium oxide increased up to five times. The reason for this is the amount of activation energy required for grain growth. This energy was 31.85 kJ in the sample without titanium oxide and 47.96 kJ in the sample with the presence of 10% of this oxide. Also, based on DSC data, the barrier energy were calculated as 9.93 and 7.75 kJ, and the grain growth activation energy were calculated as 13.4 and 14.4 kJ, for the samples with out and with titanium oxide respectively.*

Key Words: Grain Growth, TiO_2, NiTi, DSC.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۱/۲/۱۹ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۱/٦/۱٤ می‌باشد.

(۱) نویسنده مسئول، استادیار گروه مهندسی مواد، دانشکده مهندسی مکانیک و مواد، دانشگاه صنعتی بیرجند، بیرجند، ایران. **Email:** nasiri@birjandut.ac.ir

(۲) استادیار گروه مهندسی شیمی، دانشکده مهندسی معدن، عمران و شیمی، دانشگاه صنعتی بیرجند، بیرجند، ایران.

مقدمه

امروزه استفاده از مواد نانو به علت خواص منحصربه‌فرد خود نسبت به مواد درشت‌دانه در صنایع مخلتفی رواج یافته است. ریزدانه بودن سبب می‌شود تا مواردی همچون دمای ذوب کاهش یابد در نتیجه تولید محصول راحت‌تر است. از لحاظ خواص مکانیکی، ریز دانه شدن سبب ارتقای موارد مختلفی مخصوصاً مقاومت به سایش می‌شود. روش‌های شناخته شده برای تولید مواد نانو عبارتند از: هم‌رسوبی، آلیاژسازی مکانیکی، استفاده از محلول‌های کلوئیدی، احتراق و آب فوق بحرانی [1-3]. در بعضی از موارد مواد پودری نانو اندازه، به تنهایی کاربرد بالایی ندارند و به‌همین منظور نیاز به یک مرحله تف‌جوشی برای ساخت یک قطعه کامل است. یکی از معضلات این عمل، بالا بودن دما و در نتیجه احتمال رشد ذرات نانو است. اگر رشد ذرات به بیشتر از حد نانو رخ بدهد، کیفیت خواص ماده نیز کاهش می‌یابد [4,5]. با افزایش دما در فرایند تف‌جوشی، رخ‌دادهایی از قبیل: بازیابی، تبلور مجدد و به‌ویژه رشد دانه مشاهده می‌شود. دلیل رشد کریستالیت‌ها، بازشدن قفل نابه‌جایی‌ها در اثر مکانیزم‌های صعود، افزایش تعداد تهی‌جای‌ها و در نهایت کاهش موانع جلوگیری از حرکت مرزهای دانه است. به‌همین منظور باید راهکارهایی برای جلوگیری از حرکت مرزدانه‌ها اتخاذ کرد. یکی از این راه حل‌ها، استفاده از ذرات رسوبی ریز و یا ذرات فاز ثانویه است. به‌-طوری‌که این ذرات مانع حرکت نابه‌جایی‌ها شوند و یا حرکت آنها را کند کنند، در نتیجه رشد دانه در دمای بالا متوقف و یا به تعویق خواهد افتاد. به عبارت دیگر، فرایند رشد دانه در حین تف‌جوشی رخ نخواهد داد [6-9]. استفاده از ذرات ثانویه که ماهیت پایداری شیمیایی و دماهای ذوب بالا داشته باشند و همچنین بتوانند به‌صورت همگن در زمینه اصلی توزیع یابند تا بیشترین مقدار هم‌دوستی را در فصل مشترک با زمینه ایجاد کنند. استفاده از ذرات ثانویه یک راه حل ساده و مقرون به صرفه است. بیشتر مواد اکسیدی دارای این خاصیت هستند و در میان آنها TiO_2 به علت در دسترس بودن، قیمت پایین و پایداری شیمیایی بسیار بالا جزو پرکاربردترین آن‌ها است [10,11]. استفاده از داده‌های به‌دست آمده از آزمون DSC و DTA یک روش مرسوم برای مطالعه سینتیکی فرایندهای مختلف و از آن طریق محاسبه انرژی فعال‌سازی است. در این روش، با توجه به وابستگی فرایند به دما و زمان می‌توان با اعمال سرعت‌های حرارت‌دهی مختلف و استخراج داده‌های مربوط به پیک گرمازا، داده‌ها را با مدل‌های مختلف انطباق داد و از آنجا انرژی فعال‌سازی را به دست آورد [12-14].

در این مطالعه از اکسید تیتانیوم به عنوان فاز ثانویه در پودر نانو ساختار آلیاژ NiTi استفاده شده است. این اکسید یک ترکیب پایدار از لحاظ حرارتی و شیمیایی است. از جنبه قیمتی نیز یک اکسید ارزان قیمت محسوب می‌شود که فراوانی قابل قبولی نیز دارد.هدف از افزودن این اکسید، جلوگیری از رشد دانه‌های فاز زمینه NiTi در حین فرایند تف‌جوشی است [5,15,16].

مواد و روش تحقیق

در این مقاله به منظور بررسی اثر اکسید تیتانیوم بر حفظ نانو ساختار آلیاژ نایتینول آسیا کاری شده، دو نمونه با روش آلیاژسازی مکانیکی از پودر عنصری نیکل و تیتانیوم تولید شده است که یکی از نمونه‌ها حاوی اکسید تیتانیوم به عنوان ماده اولیه می‌باشد. نمونه‌ها در آسیاب سیاره‌ای با سرعت ۲۵۰ دور بر دقیقه و نسبت گلوله به پودر ۳۰ به ۱ در اتمسفر کنترل شده آسیا کاری شده‌اند. برای رسیدن به اندازه کریستالیت یکسان برای هر دو نمونه زمان آسیا کاری برای نمونه بدون اکسید تیتانیوم ۳۶ ساعت و برای نمونه دارای اکسید تیتانیوم ۲۲ ساعت انتخاب شد. سپس نمونه‌ها با فشار۷۰۰ مگاپاسکال پرس سرد شده و در کوره با دمای ۹۰۰ °C تف‌جوشی شدند. پس از آسیا کاری و تف‌جوشی از نمونه‌ها تست XRD گرفته شد تا اندازه کریستالیت‌های آن با روش ویلیامسون–هال تخمین زده شود.

برای بررسی انرژی آزاد شده در حین فرایندهای آنیل در زمان تف‌جوشی از تست DSC (مدل SETYS Evolution-175 SETARAM -) استفاده شد. به منظور شبیه‌سازی فرایندهای هم دما نمونه‌های پودری با حداکثر سرعت د ستگاه (۱۰۰°C/min) تا دماهای انجام تست گرم شدند و بعد از آن با سرعت یک درجه بر دقیقه به مدت ۲۵۰۰s گرم شده‌اند.

نتایج و بحث

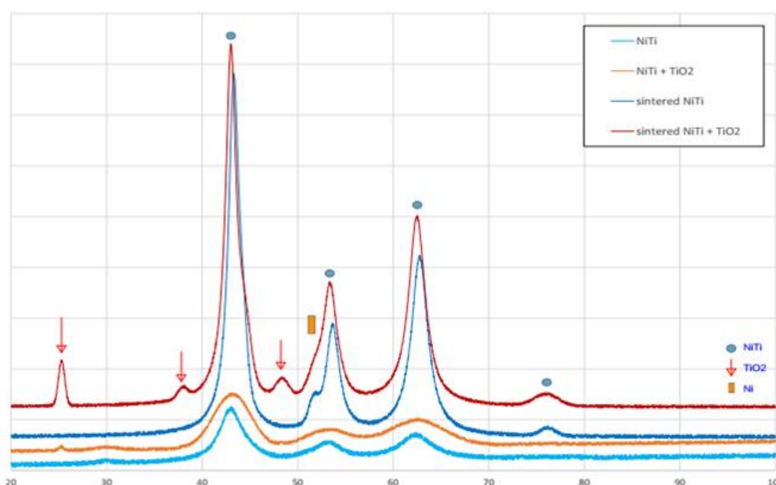
در شکل (۱) طیف‌های XRD دو نمونه بعد از آسیاکاری دیده می‌شود. همان‌طور که در شکل مشخص است، در هر دو نمونه پیک‌های NiTi به وضوح دیده می‌شوند. بنابراین پودرها قبل از تف‌جوشی به صورت پیش آلیاژی درآمده‌اند. در این شکل همچنین طیف‌های XRD نمونه‌ها پس از تفجوشی نیز آورده شده است که به وضوح در هر دو نمونه افزایش ارتفاع پیک ها و عدم تغییر در محل پیک‌ها قابل مشاهده است که نشان‌دهنده افزایش اندازه کریستالیت‌ها و عدم تغییر فازی در نمونه‌ها در حین

تف‌جوشی است.

در نمونه‌ی حاوی ذرات TiO_2 پیک‌های کوچکی مربوط به آن قابل تشخیص هستند که بعد از تف‌جوشی با وضوح بیشتری قابل رؤیت هستند. مقدار کرنش شبکه (ε) و اندازه کریستالیت‌ها (d) بر اساس رابطه‌ی ویلیامسون- هال تخمین زده شد [17]:

$$B\cos\theta = \frac{0.9\lambda}{d} + 2\varepsilon\sin\theta \quad (۱)$$

در این رابطه، B پهنای پیک در نصف ارتفاع، λ طول موج اشعه ایکش (λ_{Cu}= 164.51pm)، است. از ۳ پیک اصلی NiTi برای محاسبات استفاده شده است که نتایج آن در جدول (۱) آورده شده است. اندازه کریستالیت در هر دو نمونه بعد از آلیاژسازی مکانیکی تقریباً یکسان است در حالی‌که بعد از تف‌جوشی تفاوت قابل ملاحظه بین آنها دیده می‌شود. علت آن به ممانعت از حرکت مرزدانه و نابه‌جایی توسط ذرات TiO_2 نسبت داده می‌شود. برای بررسی دقیق‌تر این موضوع از نمونه تست‌های DSC هم‌دما در دماهای مختلف مطابق جدول (۲) گرفته شده است



شکل ۱ نتایج آزمون XRD برای نمونه آسیاکاری شده و تف‌جوشی شده

جدول ۱ نتایج به‌دست آمده از الگوهای پراش

نمونه	کرنش شبکه %	اندازه کریستالیت nm
NiTi	۵/۹	۱۹۸
NiTi + TiO_2	۱۰	۱۹۱
Sintered TiNi	۱/۳	۹۸۷
Sintered NiTi + TiO_2	۲/۷	٤٦٢

جدول ۲ شرایط آزمایش DSC

درصد TiO_2	دمای انجام آزمایش (°C)	n	n میانگین	E(KJ)
۱۰	۷۵۰	۳/۳۹	۳/۵۸	٤۷/۹٦
	۸۰۰	۳/٦۸		
	۸۵۰	۳/۹۲		
	۹۰۰	۳/۳		
۰	۷۵۰	۲/٤٤	۲/٤	۳۱/۸۵
	۸۲۵	٤/٤۹		
	۹۰۰	٤/۳۱		

در حین تف‌جوشی پدیده‌های مختلفی رخ می‌دهد و باعث می‌شود نانو ساختار حاصل از آلیاژ سازی مکانیکی از بین برود. این فرایندها وابسته به دما و زمان هستند و به‌وسیله معادله اورامی قابلیت مدل شدن را دارا هستند [18]:

$$x(t) = 1- \exp(Kt^{n}) \qquad (۲)$$

در این معادله x کسر انجام استحاله و n ثابت و K برابر:

$$K(T) = K_0 \exp(-E_{eff} / R\,T) \qquad (۳)$$

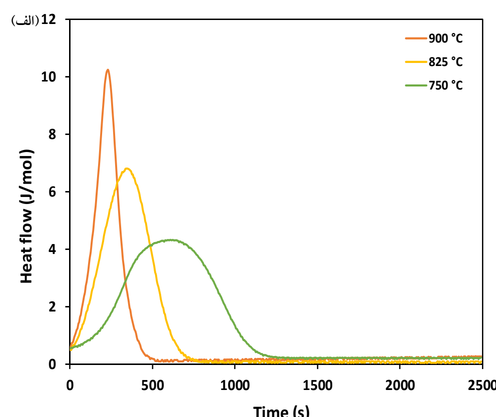
انرژی فعال سازی مؤثر برای تمام استحاله با E_{eff} نشان داده شده است و R ثابت گازها و K_0 ثابت معادله است، که به آن فاکتور فرکانس گفته می‌شود. برای یک دمای خاص مقدار K ثابتی است. ثابت n به صورت زیر در نظر گرفته می‌شود:

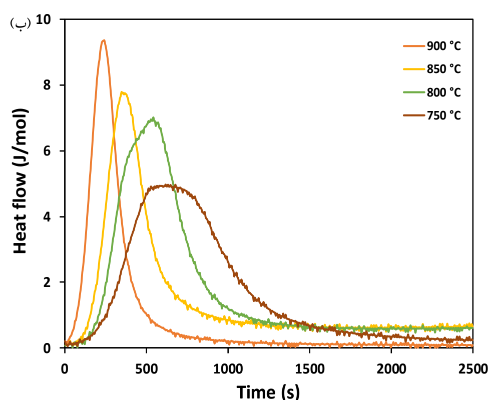
$$n= a+bc \qquad (٤)$$

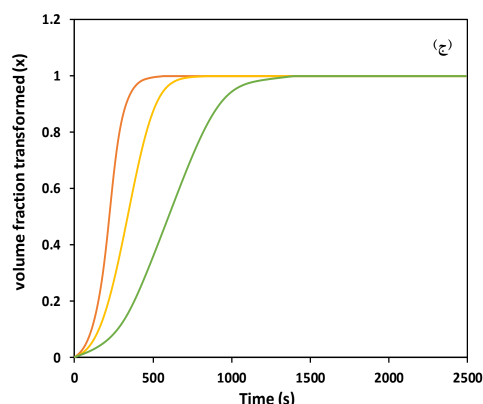
که a معرف نوع جوانه‌زنی است: اگر a=۰ باشد یعنی فقط در ابتدای استحاله رخ می‌دهد و در حین استحاله جوانه‌زنی انجام نمی‌شود، اگر ۰<a<۱ باشد یعنی در حین انجام استحاله سرعت جوانه‌زنی کم می‌شود، اگر a=۱ باشد یعنی سرعت جوانه‌زنی در حین انجام استحاله ثابت است و اگر a>۱ باشد یعنی سرعت جوانه‌زنی در حین انجام استحاله زیاد می‌شود. بعد رشد جوانه‌ها با b مشخص می‌شود (۱، ۲ و ۳). c نحوه‌ی کنترل رشد را بیان می‌کند: c=۰/۵ نشان‌دهنده‌ی کنترل رشد با نفوذ است و c=۱ کنترل با فصل مشترک را بیان می‌کند [19].

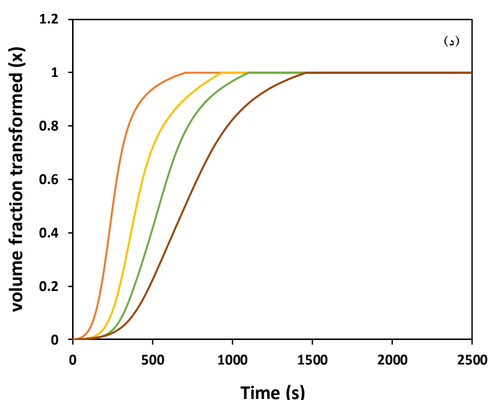
در شکل (۲-الف) و (۲-ب) نمودارهای DSC با دماهای مختلف نشان داده شده است. مساحت زیر هر پیک نشان‌دهنده انرژی آزاد شده در حین گرمایش است. بنابراین کسر انجام استحاله در یک زمان مشخص با مساحت زیر پیک در آن زمان متناسب است. در شکل (۲-ج) و (۲-د) تغییرات کسر تحول‌یافته با زمان در دماهای مختلف نشان داده شده است. در نمودارها مشخص است که برای هر دو نمونه با افزایش دمای تست زمان به اتمام رسیدن فرایندهای آنیل کاهش پیدا کرده است.

با رسم نمودارهای ln[-ln(1-x)] در مقابل ln(t) می‌توان مقادیر n و K در رابطه اورامی به دست آورد که n شیب خط و K عرض از مبدأ است. همچنین، با رسم نمودار ln (t) نسبت به 1/T از روی شیب خط می‌توان مقدار انرژی فعال‌سازی برای انجام تحول به دست آورد. این نمودار برای نمونه بدون و با TiO_2 در شکل (۳) رسم شده است و مقادیر به دست آمده در جدول (۲) گزارش شده است.

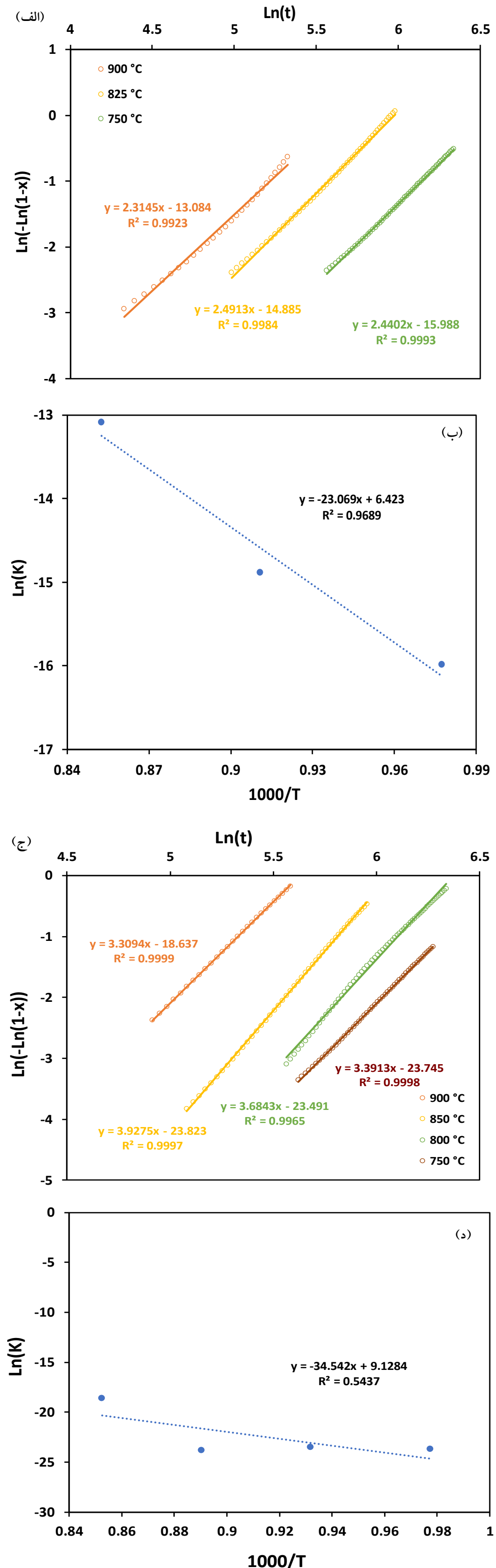








شکل ۲ (الف) و (ب) نمودارهای DSC برای نمونه‌های آسیاکاری شده (الف: در حضور اکسید تیتانیوم، ب: عدم حضور اکسید تیتانیوم)، (ج) و (د) نمودار کسر استحاله انجام شده بر حسب زمان



شکل ۳ نمودارهای ln[-ln(1-x)] در مقابل ln k در مقابل ۱۰۰۰/T، برای محاسبه‌ی n و E. بدون حضور (الف) و (ب) و درحضور اکسید تیتانیوم (ج) و (د).

با توجه به رشد دانه در حین آنیل که به صورت سه‌بعدی است مقدار b در رابطه (٤) برابر ۳ است. بر این اساس مقدار c برای نمونه بدون TiO_2 باید ۰/۵ باشد

تا مقدار n بتواند کمتر از ۳ باشد. به بیان دیگر در نمونه بدون TiO_2 مکانیزم کنترل‌کننده رشد دانه‌ها در حین آنیل وابسته به نفوذ است، بنابراین دما بر سرعت رشد دانه بسیار تأثیرگذار است.

با توجه به مقادیر b و c برای نمونه بدون TiO_2، مقدار a برابر ۰/۹ است که نشان‌دهنده کاهش نرخ جوانه‌زنی در حین فرایند آنیل است. این نتیجه اخیر با فرایندهای آنیل فلزات که ابتدا به دلیل دانسیته بالای نابه‌جایی‌ها بازیابی و تبلور مجدد سریع انجام می‌شوند هم‌خوانی دارد. در مورد نمونه حاوی TiO_2 نیز مقدار b در معادله (٤)، با توجه به رشد سه‌بعدی دانه‌ها در حین آنیل، برابر ۳ است. با در نظر گرفتن شرایط جوانه‌زنی در حین آنیل در فلزات که بیان شد، مقدار a باید عددی کمتر از ۱ باشد بنابراین مقدار c را ۱ در نظر می گیریم تا n بتواند عددی بزرگتر از ۳ به‌دست آید؛ یعنی رشد دانه در نمونه حاوی TiO_2 توسط مکانیزم حرکت مرز دانه کنترل می‌شود. این موضوع را می‌توان به خاصیت قفل‌کنندگی ذرات فاز دوم نسبت داد؛ در حقیقت ذرات TiO_2 که با آسیاکاری در زمینه پراکنده شده‌اند می‌توانند مرزدانه‌ها را قفل کنند و مانع رشد دانه در حین تف‌جوشی بشوند. مقدار a از معادله (٤) برای نمونه حاوی TiO_2 برابر ۰/۵۳ به‌دست می‌آید. کمتر بودن مقدار a در نمونه حاوی TiO_2 نسبت به نمونه بدون TiO_2 نشان می‌دهد که در مراحل اولیه آنیل جوانه‌های بیشتری در نمونه حاوی TiO_2 زده می‌شود.

مقدار سد انرژی فعال‌سازی فرایندهای آنیل در نمونه حاوی TiO_2 بیشتر از نمونه‌های بدون TiO_2 است؛ یعنی رشد دانه در نمونه حاوی TiO_2 سخت‌تر است و انتظار اندازه دانه کمتری در آن بعد از تف‌جوشی می‌رود که این نتایج با مقادیر اندازه دانه به دست آمده از XRD منطبق است. مقدار انرژی فعال‌سازی به دست آمده از رابطه اورامی، برایند سد انرژی رشد (E_g) و جوانه‌زنی (E_n) است که با رابطه ذیل قابل تفکیک از هم هستند [18,19]:

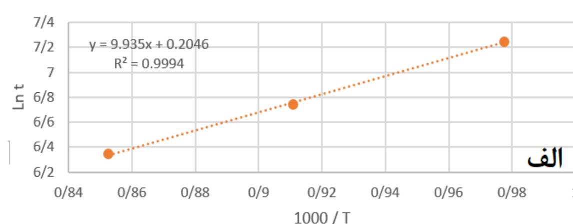
$$E_{eff} = E_n + bcE_g \qquad (۵)$$

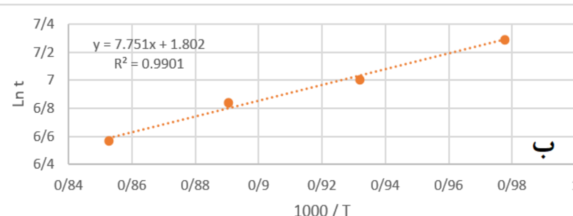
که مقادیر b و c همان مقادیر رابطه (٤) هستند. راه تخمین مقدار سد انرژی جوانه‌زنی استفاده از نمودارهای DSC هم دما است. از نمودارهای DSC مشخص است که وابستگی زمان انجام

آنیل به دما بسیار زیاد است؛ این وابستگی توسط یک معادله آرنیوسی قابل توصیف است [18,19]:

$$t_i = t_0 \exp (E_n/k_B T) \quad (6)$$

t زمان انجام فرایندهای آنیل، E_n سد انرژی فعال‌سازی جوانه‌زنی، T دمای انجام آنیل و k_B ثابت بولتزمن است. شیب خط رگراسیون نمودار ln t به 1/T نشان‌دهنده مقدار سد انرژی جوانه‌زنی است. نمودارهای مربوط برای نمونه‌های با و بدون TiO_2 در شکل (٤) رسم شده است.





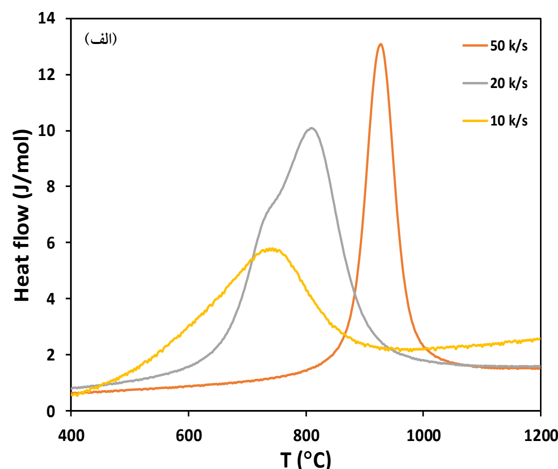
شکل ٤ نمودار Ln t به ۱۰۰۰/T برای محاسبه سد انرژی جوانه زنی: الف) بدون حضور اکسید، ب) در حضور اکسید

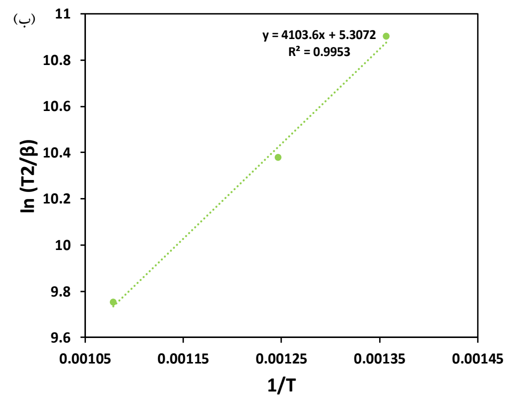
مقدار سد انرژی جوانه‌زنی برای نمونه بدون TiO_2، ۹/۹۳ KJ و برای نمونه با TiO_2، ۷/۷۵ KJ به دست آمده است. این مقادیر نشان می‌دهد که در نمونه‌های حاوی TiO_2 جوانه‌زنی راحت‌تر انجام می‌شود. این نتایج با مقدار a محاسبه شده برای نمونه‌ها هماهنگی دارد و مؤید این موضوع است که نرخ جوانه‌زنی در اوایل فرایند آنیل در نمونه حاوی TiO_2 بیشتر است. با توجه به رابطه (٥) مقدار سد انرژی فعال‌سازی رشد برای نمونه بدون TiO_2 ، ١٤/٤ KJ و برای نمونه حاوی TiO_2، ١٣/٤ KJ محاسبه شد. بیشتر بودن سد انرژی فعال‌سازی رشد در نمونه حاوی TiO_2 مؤید کمتر بودن اندازه دانه این نمونه بعد از تف‌جوشی است. در هر دو نمونه مقدار سد انرژی جوانه‌زنی به مراتب کمتر از انرژی فعال‌سازی رشد است بنابراین عامل محدوده‌کننده تحول در هر دو نمونه مرحله رشد است.

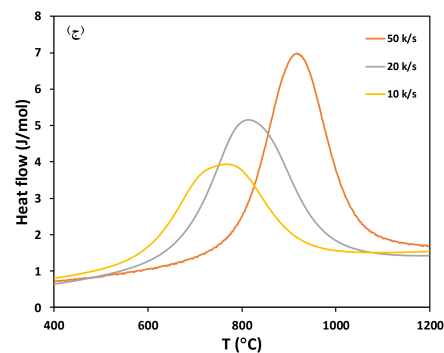
به منظور بررسی غیر همدمای تحول رشد دانه در حین تف‌جوشی از دو نمونه پودرهای NiTi، با و بدون TiO_2 تست DTA با گرمایش پیوسته نیز به عمل آمد که در آن هر نمونه با سه سرعت گرمایش متفاوت از دمای محیط تا دمای ۱۰۰۰°C گرم شد. نتایج در شکل (٥) قابل مشاهده است که با افزایش سرعت گرمایش پیک نمودار به دماهای بالاتر منتقل شده و ارتفاع آن نیز افزایش یافته است. این رفتار در هر دو نمونه دیده می‌شود هرچند که در نمونه حاوی TiO_2 شدت این تغییرات کمتر است. کمتر بودن سد انرژی فعال‌سازی جوانه‌زنی در نمونه حاوی TiO_2 باعث می‌شود که سرعت شروع فرایندها بیشتر باشد و در نتیجه افزایش سرعت گرمایش (کاهش زمان) تأثیر کمتری بر دمای پیک نمودار DTA داشته باشد. همچنین نمودارهای مربوط به نمونه دارای TiO_2 پیک‌های پهن‌تری دارد که دلیل آن سخت‌تر بودن رشد دانه و در نتیجه زمان‌بر بودن تحول است. با استفاده از معادله کسینجر می‌توان سد انرژی فعال‌سازی فرایندهای آنیل را محاسبه کرد [18-19]:

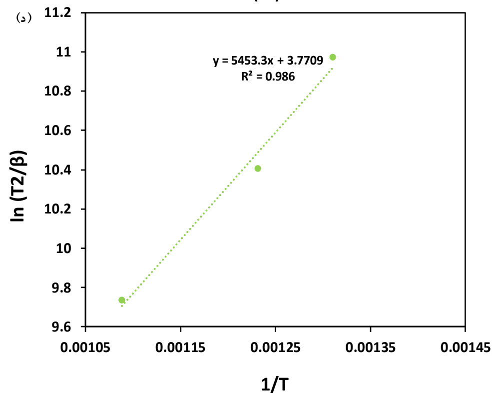
$$\ln (T^2/\beta)=E/RT+\text{const} \quad (7)$$

در این معادله β سرعت گرمایش و T دمای پیک و E سد انرژی فعال‌سازی است. شیب خط نمودار $\ln(T^2/\beta)$ به 1/RT نشان‌دهنده انرژی فعال‌سازی است که در شکل (٥–ب) و (٥–د) نمودارهای مربوط قابل مشاهده است. انرژی فعال‌سازی تحول در نمونه بدون TiO_2 ٤١ کیلو ژول و در نمونه حاوی TiO_2 ٥٤ کیلو ژول محاسبه شد. این نتایج با نتایج حاصل از DSC در شرایط همدما هماهنگی دارد و به عبارتی سد انرژی فعال‌سازی برای نمونه حاوی TiO_2 بیشتر است.









شکل ۵ نمودارDTA در سه نرخ گرمایش مختلف: الف) بدون حضور اکسید، ج) با حضور اکسید، نمودار $\ln(T^2/\beta)/(1/T)$، ب) بدون حضور اکسید و د) با حضور اکسید.

نتیجه‌گیری

۱. پودر آسیاکاری شده NiTi بعد از تف‌جوشی شدن در دمای ۹۰۰ °C از اندازه کریستالیت اولیه ۱۹۸nm به ۹۸۷nm افزایش اندازه نشان دادند، اما اندازه کریستالیت پودر NiTi حاوی TiO_2 از ۱۹۱nm به ٤٦۱nm تغییر کردند.

۲. انرژی فعال‌سازی تحول درشت شدن ذرات پودر در طول تف‌جوشی در نمونه‌های تف‌جوشی شده برای NiTi، KJ ۳۱/۸۵ و برای NiTi به همراه TiO_2، ٤۷/۹٦KJ و سد انرژی جوانه‌زنی به ترتیب برای آنها ۹/۹۳ KJ و ۷/۷۵ KJ؛ و انرژی فعال‌سازی رشد دانه برای آنها به ترتیب ۱۳/٤ KJ و ۱٤/٤ KJ بر اساس داده‌های DSC در شرایط هم‌دما محاسبه شد.

۳. مقادیر a (معرف نوع جوانه‌زنی) و c (نحوه‌ی کنترل رشد) برای NiTi و NiTi به همراه TiO_2 به ترتیب ۰/۹، ۰/۵ و ۰/۵۸، ۱ تخمین زده شد. این مقادیر نشان‌دهنده کاهش نرخ جوانه‌زنی در حین آنیل برای هر دو نمونه است و رشد دانه در نمونه بدون TiO_2 توسط نفوذ کنترل می‌شود برای نمونه حاوی TiO_2 کنترل‌کننده رشد حرکت مرزدانه است.

٤. ذرات فاز ثانویه TiO_2 در زمینه NiTi باعث قفل شدن مرزدانه‌ها شده و در حین تف‌جوشی ساختار ریزدانه حاصل از آسیاکاری را حفظ می‌کند.

۵. در گرمایش غیر هم‌دما نیز نتایج حاصل از گرمایش هم‌دما مشهود است و انرژی فعال‌سازی تحول در نمونه‌های تف‌جوشی شده برای NiTi، ٤۱KJ و برای NiTi به همراه TiO_2، ٥٤/٥KJ محاسبه شد.

مراجع

1. Golmohammadi, M., Nasiri, H., "Synthesis and Characterization of Bentonite-SnO2 Nanocomposite in Supercritical Water Environment", *Journal of Metallurgical and Materials Engineering*, Vol. 33, Pp. 87-96, (2022).
2. Golmohammadi, M., Nasiri, H., "Synthesis and Characterization of CexZr1-xO2 using Supercritical Water", *Journal of Applied Research of Chemical-Polymer Engineering*, Vol.3, Pp. 3-12 (2020).
3. Nasiri, H., Vahdati Khaki, J., Haddad Sabzevar, M., "Fast prepared Ni-Al2O3 nanocomposite through solution combustion synthesis", *Synthesis and Reactivity in Inorganic, Metal-Organic, and Nano-Metal Chemistry*, Vol. 45, Pp. 1241-1244, (2015).

4. Yang, Y., Zhang, C., Lai, C., Zeng, G., Huang, D., Cheng, M., Wang, J., Chen, F., Zhou, C., Xiong, W., "BiOX (X= Cl, Br, I) photocatalytic nanomaterials: applications for fuels and environmental management", *Advances in colloid and interface science,* Vol. 254, Pp.76-93, (2018).
5. Sharma, N., Raj, T., Jangra, K. K., "Microstructural evaluation of NiTi-powder, steatite, and steel balls after different milling conditions", *Materials and Manufacturing Processes,* Vol. 31, Pp.628-632, (2016).
6. Obada, D. O., Dauda, E. T., Abifarin, J. K., Dodoo-Arhin, D., Bansod, N. D., "Mechanical properties of natural hydroxyapatite using low cold compaction pressure: Effect of sintering temperature", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 239, Pp. 122099, (2020).
7. Chen, P., Cai, H., Li, MaoyuanLi, Z., et.al, "Crystallization kinetics of polyetheretherketone during high temperature-selective laser sintering ", *Additive Manufacturing,* Vol. 36, Pp. 101615, (2020).
8. Robinston JeyasinghSwikker, K., Kanagasabapathy, H., NeethiManickam, I., Vijay PonrajNadar, N., Alwin, S., "Effect of sintering temperature on grain growth and mechanical properties of copper/graphene nanosheet composite", *Diamond and Related Materials,* Vol. 110, Pp. 108111, (2020).
9. Poletik, T. M., Girsov, S. L., Lotkov, A. I., "Ti_3Ni_4 precipitation features in heat-treated grain / subgrain nanostructure in Ni-rich TiNi alloy", *Intermetallics,* Vol.127, Pp. 106966, (2020).
10. Fu, W., Li, Z., Xu, W., Wang, Y., Sun, Y., Dai, Y., "Exceptionally thermal-stable Al_2O_3/TiO_2 nanofibers by depressing surface-initiated grain growth as new supports for anti-sintering Pt nanoparticles", *Materials Today Nano,* Vol. 11, Pp. 100088, (2020).
11. LifengXu, DongshengWang, "Grain growth characteristics of plasma-sprayed nanostructured Al2O3-13wt.%TiO_2 coatings during laser remelting", *Ceramics International,* Vol.47, Pp. 15052-15058, (2021).
12. Hou, J., Kumar, R., Qu, Y., Krsmanovic, D., "Crystallization kinetics and densification of YAG nanoparticles from various chelating agents", *Materials Research Bulletin,* Vol. 44, Pp.1786-1791, (2009).
13. Nowak-Woźny, D., Ferens, W., Wach, J., "Using dissipation factor method in testing the ash sintering process of cereal pellet and coal fuels", *Energy,* Vol. 250, Pp.123718, (2022).
14. Al-Shankiti, I. A., Ehrhart, B. D., Ward, B. J., Bayon, A., Wallace, M. A., Bader, R., Kreider, P., Weimer, A. W., "Particle design and oxidation kinetics of iron-manganese oxide redox materials for thermochemical energy storage", *Solar Energy,* Vol. 183, Pp. 17-29, (2019).
15. Arunkumar, S., Kumaravel, P., Velmurugan, C., Senthilkumar, V., "Microstructures and mechanical properties of nanocrystalline NiTi intermetallics formed by mechanosynthesis", *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials,* Vol.25, Pp.80-87, (2018).
16. Saeed, E. M., Dawood, N. M., Hasan, S. F., "Improvement corrosion resistance of Ni-Ti alloy by TiO2 coating and hydroxyaptite/TiO2 composite coating using micro arc oxidation process", *Materials Today: Proceedings,* Vol. 42, Pp.2789-2796, (2021).
17. Kibasomba, P. M., Dhlamini, S., Maaza, M., Liu, C. -P., Rashad, M. M., Rayan, D. A., Mwakikunga, B. W., "Strain and grain size of TiO2 nanoparticles from TEM, Raman spectroscopy and XRD: The revisiting of the Williamson-Hall plot method", *Results in Physics,* Vol.9, Pp. 628-635, (2018).

18. Lorenzo, A. T., Arnal, M. L., Albuerne, J., Müller, A. J., "DSC isothermal polymer crystallization kinetics measurements and the use of the Avrami equation to fit the data: Guidelines to avoid common problems", *Polymer testing*, Vol.26, Pp.222-231, (2007).
19. Choi, H., Kim, Y., Rim, Y., Yang, Y., "Crystallization kinetics of lithium niobate glass: determination of the Johnson–Mehl – Avrami – Kolmogorov parameters", *Physical Chemistry Chemical Physics,* Vol.15, Pp.9940-9946, (2013).